ENT ABSTRACTS OF JAR

(11)Publication number:

05-009373

(43) Date of publication of application: 19.01.1993

(51)Int.CI.

CO8L 71/02 **CO8K** 3/22

CO8K C08K 5/57

C08K 9/04

(21)Application number: 03-162700

(71)Applicant: TOSHIBA SILICONE CO LTD

(22)Date of filing:

03.07.1991

(72)Inventor: SHIMIZU CHIYUKI

TOBA HISAMI

(54) ROOM TEMPERATURE CURABLE COMPOSITION

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide a room temperature curable composition produced by using a polyalkylene ether as a base polymer, having excellent weatherability and physical properties represented by high elongation, exhibiting excellent curability even in a humid atmosphere and suitable as a sealing material.

CONSTITUTION: The objective room temperature curable composition is composed of (A) 100 pts.wt. of a polymer composed of polyalkylene ether as main chain, having hydrolyzable silyl group at the molecular chain terminal and having a molecular weight of 1,000-50,000, (B) 3-50 pts.wt. of fine powder of rutile-type titanium oxide or zinc oxide surfacecoated with silica or alumina and having particle diameter of preferably 0.01-5µm, (C) 0.05-15 pts.wt. of an organic tin chelate compound of formula (R1 and R2 are 1-20C univalent hydrocarbon group; R3 and R4 are 1-8C univalent hydrocarbon group, halogenated hydrocarbon group, cyanoalkyl, etc.), (D) 10-500wt.% (based on the component C) of an organotin carboxylic acid salt, (E) 0.01-10 pts.wt. of an antioxidant and (F) 10-300 pts.wt. of fine powder of calcium carbonate having particle diameter of preferably 0.005-5μm.

$$R^{2} = Sn = \begin{bmatrix} 0 - C \\ 0 - C \\ 0 - C \end{bmatrix}^{R^{3}}$$

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-9373

(43)公開日 平成5年(1993)1月19日

(71)出願人 000221111 東芝シリコーン株式会社 東京都港区六本木 6 丁目 2 番31号 (72)発明者 清水 千之 東京都港区六本木 6 丁目 2 番31号 東芝 リコーン株式会社内 (72)発明者 鳥羽 久美	(51) Int.Cl. ⁵ C 0 8 L 71/02 C 0 8 K 3/22 3/26 5/57 9/04		庁内整理番号 9167-4 J 7167-4 J 7167-4 J 7167-4 J 7167-4 J	FI	技術表示箇所 接査請求 未請求 請求項の数 1 (全 10 頁)
2)出願日 平成3年(1991)7月3日 東京都港区六本木6丁目2番31号 (72)発明者 清水 千之 東京都港区六本木6丁目2番31号 東芝 リコーン株式会社内 (72)発明者 鳥羽 久美	(21)出願番号	特額平3-162700			000221111
(72)発明者 鳥羽 久美	(22) 出願日	平成3年(1991)7	月3日	東京都港区六本木6丁目2 (72)発明者 清水 千之 東京都港区六本木6丁目2	
リコーン株式会社内				(72)発明者	鳥羽 久美 東京都港区六本木6丁目2番31号 東芝シ
(74)代理人 弁理士 古谷 馨 (外3名)				(74)代理人	

(54)【発明の名称】 室温硬化性組成物

(57)【要約】

【目的】ポリアルキレンエーテルをベースポリマーとして、高伸長率の優れた物理的性質を有しながら耐候性に優れ、さらに、多湿雰囲気中においても良好な硬化性を示し、作業性にも優れた、シーリング材として使用するのに適した室温硬化性組成物を提供する。

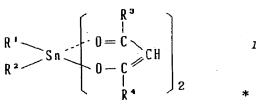
【構成】 (A) 加水分解性シリル基を分子鎖末端に有し、主鎖が本質的にポリアルキレンエーテルであり、分子量が 1,000~50,000の重合体 100重量部に対し、(B) シリカ又はアルミナで表面コーティングされたルチル型酸化チタン微粉末、又は酸化亜鉛微粉末、(C)特定の有機スズキレート化合物、(D) 有機スズカルボン酸塩、(E) 酸化防止剤及び(F) 炭酸カルシウム微粉末の特定量を配合する。

【請求項1】

- (A) 加水分解性シリル基を分子鎖末端に有し、主鎖が木質的にポリアルキレン エーテルであり、分子量が 1,000~50,000の重合体 100重量部
- (B) シリカ又はアルミナで表面コーティングされたルチル型酸化チタン微粉末 3~50重量部 、又は酸化亜鉛微粉末
- (C) 一般式:

【化1】

【特許請求の範囲】



で表される有機スズキレート化合物

- (D) 有機スズカルボン酸塩
- (E) 酸化防止剂
- (F) 炭酸カルシウム微粉末

から成ることを特徴とする室温硬化性組成物。

【発明の詳細な説明】

[0 0 0 1]

【発明の技術分野】本発明はポリアルキレンエーテルを ベースポリマーとする、シーリング材として使用するの に適した室温硬化性組成物に関し、特に、高伸長率の優 れた物理的性質を有しながら耐候性に優れ、更に、多湿 雰囲気中においても良好な硬化性を示し、また、優れた 作業性を有する組成物に関する。

[0002]

【発明の技術的背景とその問題点】加水分解性基を有 し、主鎖がポリエーテルである重合体は公知である(特 開昭50-156599号公報等)。この重合体をペー 30 スとした室温硬化性組成物が、近年建造物の目地などの シーリング材として用いられ始めている(特開昭52-73998号公報等)。しかしながら、この種の重合体 は耐候性に劣るため、耐候性の要求される建造物外壁目 地部の使用には適さないという問題があった。もちろ ん、この種のポリエーテルをベースとするシーリング材 には紫外線吸収剤や酸化防止剤の添加のような老化防止 剤が用いられてはいるけれども、その効果は不十分であ った。さらに、この種のシーリング材は、多湿雰囲気で※

* (式中、R1 及びR1 は炭素数1~20の1価の炭化水素基、 R³ 及びR⁴ は炭素数 1 ~ 8 の 1 価の炭化水素基、ハロゲン 化炭化水素基、シアノアルキル基、アルコキシ基、ハロ 10 ゲン化アルコキシ基、シアノアルコキシ基及びアミノ基 から選ばれる基)

2

0.05~15重量部

(C) に対して10~ 500重量% 0.01~10重量部

10~ 300重量部

※は十分な硬化性が得られないという問題点があり、特に 高伸長率のゴム物性を示すため建造物外壁目地部のシー 20 リング材として好適な、2成分型においてその傾向が顕 著であった。

[0003]

【発明の目的】本発明の目的は、ポリアルキレンエーテ ルをベースポリマーとして、高伸長率の優れた物理的性 質を有しながら耐候性に優れ、さらに、多湿雰囲気中に おいても良好な硬化性を示す、シーリング材として使用 するのに適した室温硬化性組成物を提供することを目的 とする。さらに本発明は、従来にも増して、作業性に優 れた組成物を提供することを目的とする。

[0004]

【発明の構成】本発明者らは、この目的を達成すべく鋭 意検討を行った結果、前記ポリアルキレンエーテル、シ リカ又はアルミナで表面コーティングされたルチル型酸 化チタン微粉末、又は酸化亜鉛微粉末、有機スズキレー ト化合物、有機スズカルボン酸塩、酸化防止剤及び炭酸 カルシウム微粉末から成る組成物により、目的が達成さ れ得ることを見出し、本発明を完成するに至った。本発 明はすなわち、

- (A) 加水分解性シリル基を分子鎖末端に有し、主鎖が本質的にポリアルキレン エーテルであり、分子量が 1,000~50,000の重合体
- (B) シリカ又はアルミナで表面コーティングされたルチル型酸化チタン微粉末 3~50重量部 、又は酸化亜鉛微粉末
- (C) 一般式;

[0005] (化2)

$$\begin{array}{c|c}
R^{3} \\
R^{2}
\end{array}$$

$$\begin{array}{c|c}
R^{3} \\
0 = C \\
0 - C \\
R^{4}
\end{array}$$

50

【0006】 (式中、R1及びR2は炭素数1~20の1価の 炭化水素基、R3 及びR4 は炭素数1~8の1価の炭化水素 基、ハロゲン化炭化水素基、シアノアルキル基、アルコ* で表される有機スズキレート化合物

- (D) 有機スズカルボン酸塩
- (E) 酸化防止剂
- (F) 炭酸カルシウム微粉末

から成ることを特徴とする室温硬化性組成物に関するも のである。

ーテルは、架橋可能なケイ素官能性基を有し、主鎖が本 質的に式 R-0 (式中、 Rは炭素数が2~4の2価のア ルキレン基)で示される化学的に結合された繰り返し単 位から成り、かつケイ素原子及びそれに結合した加水分 解性基を有することにより、大気中の水分により架橋可 能な重合体である。-R-O- で表される構造単位として は、例えば

[0008]

【化3】

СНз CH2CH3 -CH2CH2O- , -CHCH2O-, -CHCH2O-, -CH2CH2CH2O-, -CH2CH2CH2CH2CH2O-

【0009】などが具体的に挙げられる。ポリエーテル としては、これら構造単位が1種類だけで結合されるだ けでなく、2種類以上の構造単位が混合された形で結合 されていてもよいが、比較的高重合度のものが容易に得 られ、かつ高重合度でも常温で液状であることから、特 にプロピレンオキシドを原料物質として製造されるポリ エーテルが好ましい。また、加水分解性ケイ素官能基 は、このポリエーテル重合体の末端に存在することが好 ましい。加水分解性基としてはアルコキシ基、アシロキ シ基、アミノ基、アミノキシ基、オキシム基、ケトオキ シム基、アミド基、アルケニルオキシ基、ハロゲン原子 などが例示される。これらの中では、被着体を侵す恐れ がないこと、硬化反応時に発生する臭気の弱いことから アルコキシ基が好ましく、さらに適度の硬化速度を与え ることからメトキシ基が好ましい。

量が 1,000に満たないと本発明の特徴である高伸長率の ゴム状硬化物が得られず、逆に50,000より大きいと組成 物の粘度が高くなって作業性が不良となる。

【0010】(B)のシリカ又はアルミナで表面コーテ ィングされたルチル型酸化チタン微粉末、又は酸化亜鉛 *キシ基、ハロゲン化アルコキシ基、シアノアルコキシ基 及びアミノ基から選ばれる基)

0.05~15重量部

(C) に対して10~ 500重量% 0.01~10重量部 10~ 300重量部

微粉末は、本発明の特徴の一つである、優れた耐候性を 得るための成分の一つである。これら微粉末の内、酸化 【0007】本発明における(A)のポリアルキレンエ 10 チタン微粉末は優れた耐候性を得る目的から、その表面 がシリカ又はアルミナでコーティングされていなくては ならない。これら微粉末の粒径は、良好な物性と耐候性 を得る意味から5μ以下であることが好ましく、作業性 を低下させない意味から0.01μ以上であることが好まし い。また、これら微粉末はステアリン酸、ロジン酸、ト リメチロールプロパンなどで表面処理が施されてもよ い。これら微粉末は単独で用いても、両者を併用しても よいが、組成物を淡色系に調色する場合には酸化チタン 微粉末を、濃色系に調色する場合には酸化亜鉛微粉末を 20 用いることが好ましい。

> (B) の使用量は、(A) 100重量部に対して3~50重 量部である。使用量が3重量部に満たないと十分な耐候 性が得られなくなり、50重量部を越えると、物性が低下 し、特に伸び率が得られなくなる。

> [0011] (C) の有機スズキレート化合物は、本質 的には(A)の加水分解性シリル基の加水分解触媒であ るが、(B) と同様に優れた耐候性を得るための成分の 一つであり、また、本発明の別の特徴である多湿時の硬 化性を向上させるための成分でもある。(C)はさらに また、(B) を用いた際の、硬化物の伸び率低下を防止 する働きもする。良好な触媒効果を発揮させる意味か ら、また合成や原料入手の容易さから、R1及びR2は炭素 数1~20の1価の炭化水素基、R³及びR⁴は炭素数1~8 の1価の炭化水素基、ハロゲン化炭化水素基、シアノア ルキル基、アルコキシ基、ハロゲン化アルコキシ基、シ アノアルコキシ基及びアミノ基から選ばれる基であるこ とが必要である。

(C) の使用量は(A) 100重量部に対して0.05~15重 虽部である。 (C) の使用量が0.05重量部より少ない (A) の重合体の分子量は 1,000~50,000である。分子 40 と、多湿時の硬化性が低下し、15重量部より多いと硬化 が速くなり過ぎて作業性が低下する。

【0012】 これら(C) としては、

[0013]

(化4]

(4)

特開平5-9373

6

$$\begin{array}{c|c}
nC_4H_3 & C & CH_3 \\
nC_4H_3 & CH_3
\end{array}$$

$$\begin{array}{c|c}
CH_3 & CH_3 \\
CH_3 & CH_3
\end{array}$$

$$\begin{array}{c|c}
nC_{\theta}H_{17} & & \\
nC_{\theta}H_{17} & & \\
\end{array}$$

$$\begin{array}{c|c}
CH_{\theta} \\
0-C & \\
\end{array}$$

$$\begin{array}{c|c}
CH_{\theta} \\
CH_{\theta}
\end{array}$$

$$\begin{array}{c|c}
nC_4H_9 & C & CH_3 \\
nC_4H_9 & CH_3
\end{array}$$

$$\begin{array}{c|c}
nC_4H_9 & C & CH_2CH(CH_3)_2 \\
nC_4H_9 & C & CH
\end{array}$$

(IV)

$$\begin{array}{c|c}
nC_4H_9 & & \\
nC_4H_9 & & \\
\end{array}$$

$$\begin{array}{c|c}
CH_9 \\
0-C
\end{array}$$

(V)

[0014]

【化5】

特開平5-9373

$$\begin{array}{c|c}
C_{8}H_{17} & S_{7} & C_{8}H_{17} \\
C_{8}H_{17} & C_{7} & C_{7} \\
\end{array}$$

$$\begin{array}{c}
C_{8}H_{17} & C_{7} & C_{7} \\
C_{8}H_{17} & C_{7} & C_{7} \\
\end{array}$$

$$\begin{array}{c}
C_{1} & C_{1} & C_{1} \\
C_{2} & C_{1} & C_{1} \\
\end{array}$$

$$\begin{array}{c}
C_{1} & C_{1} & C_{1} \\
C_{2} & C_{1} & C_{2} \\
\end{array}$$

$$\begin{array}{c}
C_{1} & C_{1} & C_{1} \\
C_{2} & C_{1} & C_{2} \\
\end{array}$$

(5)

$$\begin{array}{c|c}
C \bullet H_{17} \\
C \bullet H_{17}
\end{array}$$

$$\begin{array}{c|c}
C = C \\
C + C \\
C + C \\
C + C
\end{array}$$

$$\begin{array}{c|c}
C + C \\
C + C
\end{array}$$

$$\begin{array}{c|c}
C + C \\
C + C
\end{array}$$

$$\begin{array}{c|c}
C + C \\
C + C
\end{array}$$

$$\begin{array}{c|c}
C + C \\
C + C
\end{array}$$

$$\begin{array}{c|c}
C + C \\
C + C
\end{array}$$

$$\begin{array}{c|c}
C_{\bullet}H_{17} & & & \\
C_{\bullet}H_{17} & & & \\
& & & \\
& & & \\
& & & \\
& & & \\
& & & \\
& & & \\
& & & \\
& & & \\
& & & \\
& & & \\
& & & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\$$

【0015】などが例示される。

【0016】(D)の有機スズカルボン酸塩は、(C)の有機スズキレート化合物の触媒作用を制御することにより良好な作業性を得るための成分である。(D)は(C)に対してその10~500重量%の範囲で用いられる。(D)の使用量がこの範囲より少ないと、組成物表面の硬化速度が速くなって作業性が低下するため好ましくない。逆に(D)の使用量がこの範囲より多いと組成物の硬化が遅く、特に深部の硬化が遅くなるため好ましるい。これら(D)成分としてはジブチルスズジアセテート、ジブチルスズジオクトエート、ジブチルスズジラウレート、ジブチルスズジフィント、ジブチルスズジフタレートなどが例示される。

【0017】(E)の酸化防止剤は、(B)の耐候性向 上効果を完全に発揮させるための成分である。(E)の 使用量は、(A) 100重量部に対して0.01~10重量部の 範囲である。(E)の使用量が0.01重量部より少ないと 十分な酸化防止効果が発揮されず、10重量部より多いと 硬化後の組成物表面に滲出しやすくなる。これら(E) としては2,6-ジーt-ブチル-p-クレゾール、ブ チル化ヒドロキシアニソール、2,6-ジ-t-ブチル -4-エチルフェノール、ステアリル-β-(3, 5-ジーtープチルー4ーヒドロキシフェニル) プロピオネ ートのようなモノフェノール系; 2, 2'ーメチレンピス (4-メチル-6-t-プチルフェノール)、4,4'-チオピスー (3-メチルー6-t-ブチルフェノー ル)、4,4'-プチリデンビス(3-メチル-6-t-ブチルフェノール) のようなピスフェノール系;1, 1, 3-トリス (2-メチル-4-ヒドロキシ-5-t 50

ーブチルフェニル)ブタン、1,3,5ートリメチルー2,4,6ートリス(3,5ージーtープチルー4ーヒドロキシベンジル)ベンゼン、テトラキス〔メチレンー3ー(3',5'ージーtープチルー4ーヒドロキシフェニル)プロピオネート〕メタンのような高分子型フェノール系;ジラウリルチオジプロピオネート、ジステアリルチオジプロピオネートのような硫黄系;トリフェニルフォスファイト、ジフェニルイソデシルフォスファイトのようなリン系などが例示される。これら酸化防止剤の内、硫黄系及びリン系はフェノール系の酸化防止剤と併用することが好ましい。

 $\{0\ 0\ 1\ 8\}$ 本発明で使用される(F)は、硬化物に良好な物性、とりわけ高伸長率を得ながら、組成物に非流動性と適度な粘度を与えるための成分である。(F)は 膠質、軽質、重質いずれの炭酸カルシウムでも良いが、組成物の作業性と硬化物の機械的物性から、その粒径が $0.005\sim5~\mu$ の範囲であることが好ましい。また、これら炭酸カルシウムは、ステアリン酸、ロジン酸などで表面処理されていても良い。

(F) の使用量は、(A) 100重量部に対して10~300 重量部である。(A) の使用量が10重量部に満たない と、十分な非流動性が得られなくなり、また、硬化物の 伸び率や強度が低下する。逆に300重量部より多いと、 作業性が低下したり、硬化物の伸び率が低下する。

【0019】本発明の組成物は通常(A)を含有する成分と(C)及び(D)を含む成分とを別成分とする、2成分型として使用される。

[0020]

【発明の効果】本発明の組成物は、従来のポリアルキレ

ンエーテルをベースとするシーリング材組成物に比べて 耐候性に優れ、高伸長率の優れたゴム物性を与える硬化 物を与え、多温雰囲気中においても良好な硬化性を示 し、また、良好な作業性を示すことから、建造物外壁材 向けのシーリング材として適する。

СНз

[0021]

*【実施例】以下本発明を実施例により説明する。実施例

中「部」とあるのは重量部を示す。 【0022】実施例1~4及び比較例1~3 平均分子量が約8,000 、末端基として

[0023]

【化6】

(CH₃0)₂SiCH₂CH₂CH₂D-基を有するポリオキシプロピレン 100部

酸化亜鉛微粉末、酸化防止剤、炭酸カルシウム微粉末を 加え、三本ロールで均一に混合した。次いで、やはり表 1及び2に示す有機スズキレート化合物、有機スズカル ポン酸塩を加えて調製し、試料-1~7を得た。これら 試料-1~7をJIS A 5758で規定された押し 出し性測定用容器に充填し、混合から3時間及び6時間 後に押し出し性を測定した。また、23℃、60% R H の雰 囲気中で、これら試料を約2㎜厚のシート状にテフロン 板上に延ばし、指触乾燥時間を測定した後、さらに同雰 囲気で14日間養生してシート状の硬化物を得た。これら 20 シートをJIS 2号ダンベルに打ち抜き、引っ張り試

【0024】に対し、表1及び2に示す酸化チタン及び 10 験を行い、また、ウェザオメータ中に設置して耐候性を 観察した。さらに、35℃、95%RHの雰囲気中でも同様 にしてシート状に硬化させ、硬化物の表面状態を観察し た後、ダンベル物性を観察した。それらの結果も表1及 び2に示す。なお、比較例1は本発明の酸化チタン又は 酸化亜鉛微粉末を使用しない比較例、比較例2は本発明 の有機スズキレート化合物を使用しない比較例、比較例 3 は有機スズキレート化合物は使用するが有機スズカル ポン酸塩は使用しない比較例である。

[0025]

【表1】

11					
		実施例1	実施例2	実施例3	実施例4
試料番号		武料-1	試料-2	試料-3	試料 -4
平均粒径 0.3μのシリカコーティング ルチル型酸化チタン(ステアリン酸処理)		20部		·	
平均粒径 Q.5μのシリカ・アルミナコーティング ルチル型酸化チタン (ステアリン酸処理)			20 部		
平均粒径 0.2μのアルミナコーティング ルチル型酸化チタン (ステアリン酸処理)				20 部	
平均粒径 0.3μの酸化型	E鉛(ステアリン酸処理)				20 部
平均粒径 0.5μの軽質は	酸カルシウム	70 部	<u> </u>	70 6 8	
平均粒径 0.5μの重質炭酸カルシウム		,	70 部		70 部
平均粒径0.05μの膠質炭酸カルシウム (ステアリン酸処理)		30 部	30 部	30 AB	30 BE
式 (1) の有機スズキレート化合物		1 38		1.38	
式 (III)の有機スズキレート化合物			1部		1 🛱
ジブチルスズジオクトエート		1部			1 部
ジプチルスズジラウレート			1 部	1 288	
オクタン酸スズ					
26-ジーtーブチルー4-エチルフェノール		0.5 部		·	
22 ーメチレンピス(4ーメチルー 6 — t ープチルフェノール)			0,5 部		
テトラキス (メチレン- ルー4ーヒドロキシフェ	- 3 - (3' .5' ージー t ープチ ニール)プロピオネート〕			0.5部	0.5 📾
押出秒数。sec	3時間後	6	5	6	6
лт ш 15 ж. зос	6時間後	7	6	7	6
指触乾燥時間, h		3	3	3	3
シート物性	н	22	23	22	24
	Ts, kg/cm²	19	16	16	18
	E. %	970	950	990	1010
ウェザオ照射結果	ェザオ 照射 結果(クラック発生時間)		1500	1500	1500
	表面 状態	良好	良好	良好	良好
35°C. 95%RH	Н	21	21	21	22
硬 化 性	Ts. kg/cm²	22	19	21	18
	E. %	1070	1040	1070	1050

[0026]

40 【表2】

特開平5-9373

				
		上較例]	比較例2	比較例3
試料番号		試料-5	武料-6	試料-7
平均粒径 0.3μのシリカコーティング			20 部	20 M B
ルチル型酸化チタン(ス	(テアリン酸処理)		_	
平均位径 0.5μのシリス	ウ・アルミナコーティング			
ルチル型酸化チタン(ス	ステアリン酸処理)			
平均粒径 0.2μのアルミ	・ナコーティング			
ルチル型酸化チタン(ス	ペテアリン酸処理)			
平均粒径 0.3μの酸化亜鉛(ステアリン酸処理)				
平均粒径 0.5μの軽質炭酸カルシウム		90 音	8 70部	70 部
平均粒径 0.5μの重質が	し酸カルシウム			
平均粒径0.05μの膠質5	を酸カルシウム	30 B	30部	30部
(ステアリン酸処理)				
式(1)の有機スズキレ	ノート化合物	1 #	B	1部
式 (111)の有機スズキル	ノート化合物			
ジプチルスズジオクトエート				
ジブチルスズジラウレート		18	B	
オクタン酸スズ			3 部	
26-ジーtーブチルー	4-エチルフェノール			<u> </u>
2.2'ーメチレンビス(4- ェノール)	-メチルー 6 — t ープチルフ			
テトラキス (メチレン・ ルー4ーヒドロキシフェ	- 3 - (3',5' - ジー t - ブチ ニル)プロビオネート)	0.5 ₽	8 0.5 部	0.5部
押出秒数。sec	3 時間後	6	14	16
	6 時間後	В	22	34
指触乾燥時間 h		3	3	0. 2
	Н	22	26	24
シート物性	Ts, kg/cm²	14	14	17
	E. %	1020	460	980
ウェザオ照射結果	(クラック発生時間)	400	350	1500
	表面状態	良好	未硬化	良好
35°C, 95%RH	Н	15	測定不能	23
硬化性	Ts. kg/cm²	21	測定不能	18
	E, %	1030	測定不能	1020

【0027】実施例5~8及び比較例4~6 平均分子量が約12,000、末端基として

40 * [0028] 【化7】

CH3

13

(CH₃0)₂SiCH₂CH₂CH₂D-基を有するポリオキシプロピレン 100部

【0029】に対し、表3及び4に示す酸化チタン及び 酸化亜鉛微粉末、酸化防止剤、炭酸カルシウム微粉末を 加え、三本ロールで均一に混合した。次いで、やはり表 3 及び4 に示す有機スズキレート化合物、有機スズカル ポン酸塩を加えて調製し、試料-8~11を得た。これ ら試料を用いて、実施例 $1\sim4$ 及び比較例 $1\sim3$ と同様 50 ポン酸塩は使用しない比較例である。

の試験を行った。それらの結果も表3及び4に示す。

【0030】なお、比較例4は本発明の酸化チタン又は 酸化亜鉛微粉末を使用しない比較例、比較例5は本発明 の有機スズキレート化合物を使用しない比較例、比較例 6 は有機スズキレート化合物は使用するが有機スズカル

[0031]

【表3】

		実施例	ŋ 5	実施例6	実施例7	実施例8
試料番号		試料-	- 8	試料 -9	試料-10	試料-11
平均粒径 0.3μのシリカコーティング		20	部			
ルチル型酸化チタン(ステアリン酸処理)						
平均粒径 0.5μのシリカ・アルミナコーティング				20 部		
ルチル型酸化チタン(ステアリン酸処理)		L				
平均粒径 0.2μのアルミナコーティング					20 部	
ルチル型酸化チタン(ステアリン酸処理)						
平均粒径 0.3μの酸化亜鉛(ステアリン酸処理)					ļ	20 88
平均粒径 0.5μの軽質を	酸カルシウム	70	部		70 部	
平均粒径 0.5μの重質的	を酸 カルシウム			70 部		70 部
平均粒径0.05μの膠質炭酸カルシウム		30	部	30 部	30 部	30 部
(ステアリン酸処理)						
式(I)の有機スズキレート化合物		1	部		1部	
式 (111)の有機スズキレート化合物				1部		1部
ジブチルスズジオクトエート		1	部			1 2 3 3 3 3 3 3 3 3 3 3 3 3 3 3 3 3 3 3
ジブチルスズジラウレート				1部	1部	
オクタン酸スズ						·
2.6-ジーtープチルー4ーエチルフェノール		0. 5	部			
22-メチレンビス(4-メチルー6-tーブチルフェノール)				0.5 部		
テトラキス (メチレンー3ー(3',5'ージーtーブチルー4ーヒドロキシフェニル) プロピオネート)					0.5 🕮	0.5部
押出移数。sec	3 時間後	8		9	9	8
	6 時間後	9		9	10	9
指触乾燥時間, h		4		4	4	4
シート物性	Н	18		18	19	18
	Ts, kg/cm²	17		18	16	17
	E, %	112	0	1100	1110	1120
ウェザオ照射結果 (クラック発生時間)		150	0	1500	1500	1500
	表面 状態	良护	F	良好	良好	良好
35°, 95%RH	Н	16		17	17	16
硬化性	Ts. kg/cm²	20		19	19	18
	E, %	1150	0	1120	1180	1200
<u></u>						

[0032]

【表4】

17				
		比較例4	比較例5	比較例6
試料 番号		試料-12	試料 —13	試料—14
1	平均粒径 0.3μのシリカコーティング ルチル型酸化チタン (ステアリン酸処理)		20部	20 部
平均柱径 0.5μのシリカルチル型酸化チタン(2				
平均粒径 0.2μのアルミルチル型酸化チタン(2				
平均粒径 0.3μの酸化重				
平均粒径 0.5μの軽質5	酸カルシウム	90 部	70 部	70 部
平均粒径 0.5μの重質的	酸カルシウム			
平均粒径0.05μの膠質が (ステアリン酸処理)	30部	30 部	30 郡	
式(Ⅰ)の有機スズキレート化合物		1 部		1 288
式 (III)の有機スズキレート化合物				
ジブチルスズジオクトエート				
ジブチルスズジラウレート		1 部		
オクタン酸スズ			3 部	
2.6-ジーtープチルー4ーエチルフェノール				
2.2' - メチレンピス(4-メチル-6-t-ブチルフェノール)				
テトラキス (メチレンー3ー(3',5'ージーしーブチルー4ーヒドロキシフェニル) プロピオネート)		0.5部	0.5 部	0.5 部
押出秒数。sec	3 時間後	8	18	18
114 (C) (2) 100, SCC	6 時間後	10	30	40
指触乾燥時間, h		4	4	0. 3
シート物性	Н	18	22	20
	Ts, kg/cm²	19	15	18
	E, %	1140	650	1130
ウェザオ 照射 結果 (クラック発生時間)		400	350	1500
	表面状態	良好	未硬化	良好
35t. 95%RH	Н	16	測定不能	18
硬化性	Ts, kg/cm²	19	測定不能	19
	E, %	1180	測定不能	1170

This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

BLACK BORDERS

☐ BLACK BORDERS
☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
☐ FADED TEXT OR DRAWING
BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
OTHER.

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.